

L1 ANSWER 1 OF 1 WPINDEX COPYRIGHT 2006 THE THOMSON CORP on STN
AN 1982-29230E [15] WPINDEX
TI Sterilising compsn. - comprises mixture of biguanide series stabiliser and
polyoxyethylene alkyl ether.
DC A97 D22 E19
PA (NNSH) NIPPON SHINYAKU CO LTD
CYC 1
PI JP 57009717 A 19820119 (198215)* 5 <--
PRAI JP 1980-84435 19800620
IC A61K009-08; A61K031-77
AB JP 57009717 A UPAB: 19930915
Sterilising compsn. with enhanced sterilising power comprises mixture of
biguanide series steriliser and polyoxyethylene alkyl ether. Biguanide
series sterilise may be chlorohexydine organic acid salt or
polyhexamethylene biguanidine hydrochloride. The alkyl part of
polyoxyethylene alkyl ether may originate from prim. or sec. alcohol of
above 6C.
There is no deactivation of the biguanide steriliser and good
activity may be obtd. on dilution with water and a potentiation effect is
realised.
FS CPI
FA AB
MC CPI: A10-E08A; A12-V03C; D09-A01A; E10-A17; E10-H01

BEST AVAILABLE COPY

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A)

昭57-9717

⑫ Int. Cl.⁹
A 61 K 31/77
/ A 61 K 9/08
(A 61 K 31/77
31/155)

識別記号
ADZ

庁内整理番号
6617-4C
7057-4C
6408-4C

⑬ 公開 昭和57年(1982)1月19日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑭ 殺菌用組成物

⑮ 特 願 昭55-84435

⑯ 出 願 昭55(1980)6月20日

⑰ 発 明 者 森一雄

京都市南区吉祥院西ノ庄門口町
14番地日本新薬株式会社内

⑱ 発 明 者 沢田玄道

京都市南区吉祥院西ノ庄門口町
14番地日本新薬株式会社内

⑲ 発 明 者 星野俊之

京都市南区吉祥院西ノ庄門口町

14番地日本新薬株式会社内

⑳ 発 明 者 丸尾重昭

京都市南区吉祥院西ノ庄門口町
14番地日本新薬株式会社内

㉑ 発 明 者 新堀祐

京都市南区吉祥院西ノ庄門口町
14番地日本新薬株式会社内

㉒ 出 願 人 日本新薬株式会社

京都市南区吉祥院西ノ庄門口町
14番地

㉓ 代 理 人 弁理士 片岡宏

明 細 書

1. 発明の名称

殺菌用組成物

2. 特許請求の範囲

(1) ビグアニド系殺菌剤とポリオキシエタレンアルキルを配合した殺菌力に相乗作用を有する殺菌用組成物。

(2) ビグアニド系殺菌剤が、クロルヘキシジン有塩組成物である特許請求の範囲第1項記載の殺菌用組成物。

(3) ビグアニド系殺菌剤がポリヘキサメチレンビグアニジン塩組成物である特許請求の範囲第1項記載の殺菌用組成物。

(4) ポリオキシエタレンアルキルエーテルのアルキル部が炭素数8以上の一級アルコール由来のものである特許請求の範囲第1項記載の殺菌用組成物。

(5) ポリオキシエタレンアルキルエーテルのアルキル部が炭素数8以上の二級アルコール由来のものである特許請求の範囲第1項記載の殺菌用組成物。

3. 発明の詳細な説明

本発明はビグアニド系殺菌剤に非イオン界面活性剤ポリオキシエタレンアルキルエーテルを配合した殺菌用組成物に関する。更に詳述すれば、ビグアニド系殺菌剤の失効がなく、ま

た、上水、井水、硬水等の通常使用される水で希釈しても、その効力を良好に発揮し、をわかつその殺菌力に相乗効果をもたらす殺菌用組成物に関する。

従来ビグアニド系殺菌剤は、例えば、クロルヘキシジンは口腔用、皮膚消毒用あるいは院内消毒用として医療用に使用され、ポリヘキサメチレンビグアニジンは環境殺菌剤として工業用の殺菌、消毒に用いられてきた。これらビグアニド系殺菌剤は抗菌スペクトルが広く、^{734 陽性菌}グラム陽性菌の両者によく効力を発揮し、また、その殺菌作用も強く非常に有効性の高い殺菌剤として知られている。

これらビグアニド系殺菌剤は、その性質がカチオン性の殺菌剤であることから、単体で用いた場合に種々の欠点があり、例えばグルコン酸クロルヘキシジンのときは通常希釈して使用するが、この場合水道水、井水等の一般的に使用される水で希釈すると、水の中に存在する硫酸根、リン酸根等の酸根と反応して塩化物を生成し、その殺菌力が著しく低下する。このため殺菌剤の希釈に際しては硬水を使用せねばならず、はなはだしく使用場所等が制限される。あるいは蛋白質等が存在すると失効する場合が多く、このため必要以上に大量の殺菌剤を使用せねばならぬことが多くみられる。このためビ

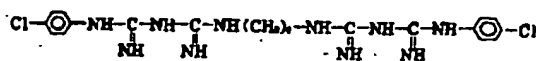
グアノイド系殺菌剤を環境衛生用殺菌剤として食品工場等に使用した場合、工場の排水処理工程における活性汚泥などに悪影響をおよぼすことが知見されている。これらの点を改良するため、一価還元性の高い界面活性剤を併用することもあったが、遂にこれら界面活性剤のために殺菌剤そのものが失活するという現象も多々認められ、必ずしも充分な微生物増殖抑制および殺菌作用を有効に発揮できるまでは至っていない。本発明者は、上記事情に鑑み通常使用される井水、硬水、上水等の水で希釈が可能で、また、ビグアノイド系殺菌剤そのものの効力を失活させることなく、より有効に殺菌剤を利用出来ることに因り、創製研究を重ねた結果、ビグアノイド系殺菌剤にポリオキシエチレンアルキルエーテル系の非イオン界面活性剤を配合することにより、ビグアノイド系殺菌剤が失活することなく、遂に界面活性剤との間に於いて、その殺菌力に相乗効果が生じて、実使用面において少量の殺菌剤の使用量で充分な効力を発揮することを知見し、本発明をなすに至ったものである。

以下、本発明につき詳しく説明する。

本発明に係る殺菌用組成物のうちビグアノイド系殺菌剤とは通常クロルヘキシジン、およびポリヘキサメチレンビグア

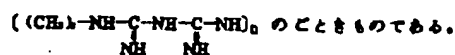
特開57-9717(2)

ニジンと称されるものであり、クロルヘキシジンは基本的に



の骨格を持ち、これにグルコン酸、塩酸、酢酸などが付加されたものが用いられる。

また、ポリヘキサメチレンビグアニジンは塩酸塩が多く用いられ、その基本構造は



そして本発明では前記ビグアノイド系殺菌剤に、下記一般式(1)で表わされるポリオキシエチレンアルキルエーテルが配合される。



R: アルキル基 m: 3~40の整数

上述一般式(1)中のアルキル基Rは炭素数6以上の高級アルコール由来のものが適しており、これは1級アルコールまたは2級アルコール由来いずれでもよく、また、ヤシ油など天然物由来、あるいは合成品由来のいずれの高級アルコールを使用して合成されたポリオキシエチレンアルキルエーテルでも適している。

特に好ましく利用出来るアルキル基としては、ラウリル基、トリメチル基、トリデシル基、あるいは炭素数12~14のアルキル基が混合したものが良好な結果が得られる。

これらポリオキシエチレンアルキルエーテルが、ビグアノイド系殺菌剤と混合する場合の比率の問題であるが、殺菌剤そのものの濃度によって変動するものであるが、少なくとも、ビグアノイド系殺菌剤1重量に対し、ポリオキシエチレンアルキルエーテル0.3重量以上の濃度が必要であり、好ましくは、ビグアノイド系殺菌剤1重量に対し、ポリオキシエチレンアルキルエーテル1~3重量配合することが各種微生物に対する最低殺菌濃度が低下し、殺菌力が向上するとともに、井水、硬水、水道水などの一般に使用される水を用いて本発明物質を希釈しても沈降物も生成されず、また界面活性剤の投入によって殺菌成分が不活化されることもなく、有効に利用され、充分なる殺菌力を有し、細菌に対する殺菌効力はビグアノイド系殺菌剤のみを使用した場合に比べ2~5倍向上することから、実使用面においては殺菌剤の使用量が少なくても有効な殺菌効力をあらわし、ひいては活性汚泥などに与える影響も少なく、また、自然界に与える影響も減少し、社会的に充分有用であることが認識されるものである。

次に実施例を示し、本発明の特徴を具体的に説明する。

尚、以下の殺菌力テストは供試殺菌剤と各菌株を所定希釈倍率中で5分間接触させ、他はフェノール係数を算出する時の方法に準じて行なった。

実施例1

グルコン酸クロルヘキシジン5% (W/V) および第1表に示されるポリオキシエチレンアルキルエーテル系界面活性剤がそれぞれ1% (W/V) にきよう精製水を用いて殺菌用組成物を調製した。このものの大腸菌 (Escherichia coli K-12 OUT 8401) に対する殺菌力テストを行ない、各殺菌剤の殺菌力の程度を検討したところ以下の結果を得た。

第 1 表

有効成分 濃度 (%)	5% グルコン酸クロルヘキシリン						対照
	トリセチル	トリデシル	セチル	オレイル	ラウリル	ポリオキシエチレンアルキルエーテル (C_{12} ~ C_{18} の混合物)	
250	-	-	-	-	-	-	-
500	-	-	-	-	-	-	-
750	-	-	-	-	-	-	+
1000	-	-	+	+	-	-	+
1250	-	-	+	+	-	-	+
1500	-	-	+	+	-	-	+
1750	+	+	+	+	+	+	+
2000	+	+	+	+	+	+	+

○: ポリオキシエチレンアルキルエーテルのアルキル基

□: グルコン酸クロルヘキシリンのみ

+: 菌の発育あり

-: 菌の発育なし

尚、各ポリオキシエチレンアルキルエーテルだけでは 250 倍濃度にて菌の発育が認められる。

以上の結果から明らかにように 5% グルコン酸クロルヘキシリンだけの場合は、その殺菌力は 500 倍まで有効であるが、それぞれ各種ポリオキシエチレンアルキルエーテルを 15 倍配合した殺菌剤の場合は、その殺菌力に相乗効果が認められ、有効殺菌倍が大に上昇し、ポリオキシエチレントリデシルエーテル、ポリオキシエチレントリセチルエーテルおよびポリオキシエチレン高級アルコールエーテル(C_{12} ~ C_{18} の

の界面活性剤濃度が 8 倍以上になるとほぼ一定になり、このことは、殺菌剤原液中の界面活性剤濃度がある濃度以上になるとも相乗作用にそれほど寄与していないことをあらわしている。

実施例 3

ポリヘキサメチレンピグアニジン塩酸塩 5 倍およびポリオキシエチレントリデシルエーテルをそれぞれ 4, 8, 20 倍になるように特製水で殺菌剤原液を調製した。界面活性剤が全く入らないものを対照として、このもの大腸菌 (*Escherichia coli* K-12 OUT8401) に対する殺菌力試験を行なった。結果を第 2 表に示す。

第 2 表

有効成分 濃度 (%)	5% ポリヘキサメチレンピグアニジン			
	(対照) 0 倍	4 倍	8 倍	20 倍
250	-	-	-	-
500	-	-	-	-
750	+	-	-	-
1000	+	+	-	-
1250	+	+	+	-
1500	+	+	+	-
1750	+	+	+	+
2000	+	+	+	+

+: 菌の発育あり

-: 菌の発育なし

第 2 表でも明らかにようにピグアニド系殺菌剤ポリヘキサメチレンピグアニジンに含いてもポリオキシエチレンアルキルエーテル系の界面活性剤を配合すると、その殺菌力に明らかに相乗効果が認められる。

実施例 4

グルコン酸クロルヘキシリン 5 倍 (W/V)、およびグルコン酸クロルヘキシリン 5 倍 (W/V) にポリオキシエチレントリデシルエーテルを各 4, 7, 10, 15 倍 (W/V) になるように

特開昭57-9717(3)

合物)では、有効殺菌倍率が1500倍まで上昇していることが知見された。

実施例 2

グルコン酸クロルヘキシリン 5 倍およびポリオキシエチレン高級アルコールエーテル(C_{12} ~ C_{18} の混合物)を各 1, 4, 8, 12, 15, 20 倍になるように特製水を用いて殺菌剤原液を調製した。グラム陽性菌である枯草菌 (*Bacillus subtilis* PCI-219) プドウ球菌 (*Staphylococcus aureus* PDA 209p) またグラム陰性菌である大腸菌 (*Escherichia coli* K-12 OUT8401) に対してそれぞれ殺菌力テストを行ない、最大有効殺菌倍時の殺菌剤濃度とその時の殺菌液中の界面活性剤濃度についてまとめたところ、図-1の結果を得た。

図-1にみられるように菌種によって多少の差はあるがグラム陰性菌、グラム陽性菌にかかわらず、ほぼ同一の傾向が認められ、供試殺菌剤原液中の界面活性剤濃度が 1~8 倍までは有効最大殺菌倍中の殺菌剤濃度が急激に減少し、殺菌力に対する相乗作用があることが示されており、同じく 10 倍以上の界面活性剤濃度になると、相乗作用が増大する傾向はあるがその程度は少ない。

一方、有効最大殺菌倍中の界面活性剤濃度は殺菌剤原液中

特開昭57-9717(4)

それぞれ精製水を用いて殺菌用組成物を調製した。これら各殺菌用の硬水に対する沈降物生成の挙動を検討した。結果を図-2に示す。

上記各殺菌用をそれぞれ125倍希釈し、その2mlに所定濃度の硬水($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 4.37g/100mlでドイツ硬度1000に相当する)2mlを加え、充分に混合して24時間以上静置し、結晶を完全に生成させる。

この各試液の上清液0.5mlをとり、精製水で5倍に希釈した後253nmにおける吸光度(O.D.m)を測定する。

即ち結晶沈降しなかった残りのグルコン酸クロルヘキシリン量を定量したこととなる。

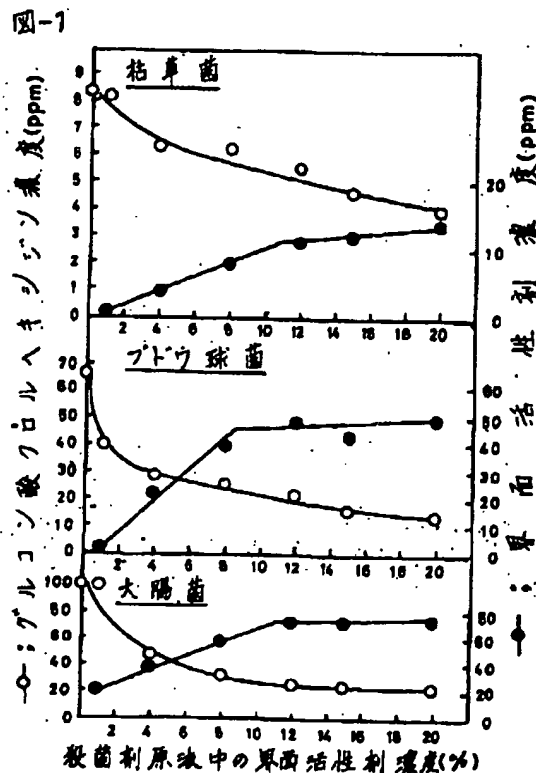
図-3にもみられるように殺菌剤に界面活性剤を混入すると、明らかに硬水に対して沈降防止作用が認められ、殺菌剤原液中に界面活性剤を10%以上配合すると、かなり硬度の高い硬水中でも充分なる沈降生成防止作用が認められた。

4. 図の簡単な説明

図-1は殺菌用組成物の面に対する最大有効希釈倍時における界面活性剤濃度と殺菌剤濃度との関係を示す。

図-2は硬水と殺菌用組成物との沈降生成の関係を示す。

以上



特開昭57-9717(5)

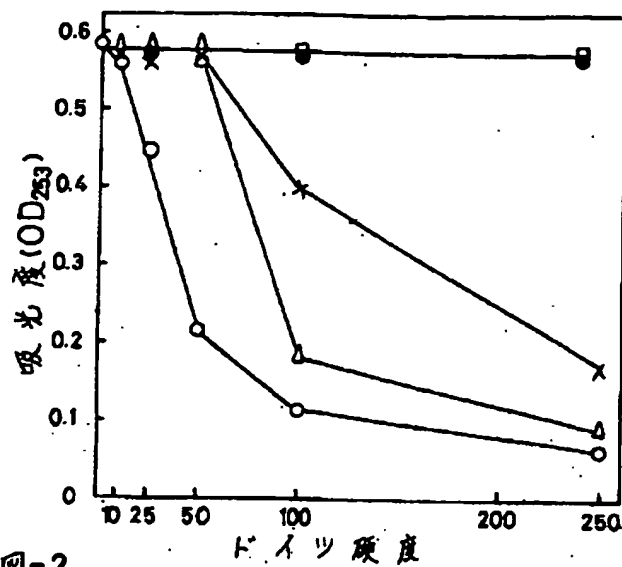


図-2

○ : 0 %
 △ : 4 %
 × : 7 %
 ● : 10 %
 □ : 15 %

ポリオキシエチレン [含む、5% グルコン酸]
 トリデシルエーテル [クロルヘキシジン]

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.